

**Milling very fine metal powder without protective atmos. - carried out in liq. contg. corrosion inhibitor in ball mill**

**Patent number:** DE4135095  
**Publication date:** 1993-04-29  
**Inventor:** GRIMM ARNOLD (DE)  
**Applicant:** RS AUTOMATISIERUNG GMBH (DE)  
**Classification:**  
- international: **B02C17/20; B02C23/06; B22F1/00; B22F9/04; B02C17/00; B02C23/00; B22F1/00; B22F9/02; (IPC1-7): B02C17/00; B02C17/20; B22F9/04**  
- european: **B02C17/20; B02C23/06; B22F1/00A2B4; B22F9/04**  
**Application number:** DE19914135095 19911024  
**Priority number(s):** DE19914135095 19911024

**Report a data error here**

**Abstract of DE4135095**

Finely milled metal powder with a grain size in the nanometre range is mfd. in a ball mill by milling metal particles with Al oxide balls with dias. equal to or less than 5mm in a liq. e.g. water, glycol, silicone oils etc., contg. a corrosion inhibitor, pref. based on phenol. The metal particles are e.g. ferrite, ferrophosphate, Al and Cu. ADVANTAGE - Very fine powder can be produced without protective atmos

Data supplied from the **esp@cenet** database - Worldwide

D12



(19) BUNDESREPUBLIK  
DEUTSCHLAND



DEUTSCHES  
PATENTAMT

(12) **Offenlegungsschrift**  
(10) **DE 41 35 095 A 1**

(51) Int. Cl.<sup>5</sup>:  
**B 22 F 9/04**  
B 02 C 17/00  
B 02 C 17/20

(21) Aktenzeichen: P 41 35 095.2  
(22) Anmeldetag: 24. 10. 91  
(43) Offenlegungstag: 29. 4. 93

DE 41 35 095 A 1

(71) Anmelder:  
RS Automatisierung GmbH, 6800 Mannheim, DE

(74) Vertreter:  
Fischer, W., Dipl.-Ing., Pat.-Anw., 6700 Ludwigshafen

(72) Erfinder:  
Grimm, Arnold, 6405 Eichenzell, DE

Prüfungsantrag gem. § 44 PatG ist gestellt

(54) Mahlen von Metallpartikeln

(57) Die vorliegende Erfindung betrifft ein Verfahren zur Herstellung von feinstteiligen Metallpulvern mit Korngrößen bis in den Nanometerbereich in einem Kugelmahlwerk, wobei man die Metallpartikel mit Metalloxidkügelchen mit Durchmessern kleiner gleich etwa 5 mm in einer Flüssigkeit mahlt, die einen Korrosionsinhibitor enthält.

DE 41 35 095 A 1

## DE 41 35 095 A1

1

## Beschreibung

Die vorliegende Erfindung betrifft die Herstellung feinstgemahlener Metallpartikel, wobei die so hergestellten Pulver Korngrößen wesentlich kleiner als 1 µm, insbesondere solche im Nanometerbereich, aufweisen.

Die Herstellung derart feinstgemahlener Metallpulver ist mit erheblichen betrieblichen Risiken verbunden, da wegen der sehr großen Oberfläche der Teilchen sich diese pyrogen verhalten und stark zur Explosion neigen.

Nach dem Stand der Technik wird daher der Mahlvorgang unter Sauerstoffabschluß in Inertgasatmosphäre durchgeführt, was den Mahlvorgang stark verteuert.

Darüber hinaus stellt es grundsätzlich ein Problem dar, Pulver bis in den Nanometerbereich hinab zu mahlen.

Die vorliegende Erfindung hat sich daher die Aufgabe gestellt, ein Verfahren zur Verfügung zu stellen, mit dessen Hilfe Metallpulver extrem kleiner Korngrößen hergestellt werden können und bei welchem auf das Aufrechterhalten einer Schutzgasatmosphäre im und um das Mahlwerk verzichtet werden kann.

Die Lösung dieser Aufgabe gelingt in einem rotierenden Kugelmahlwerk in sehr einfacher Weise dann, wenn man die Metallpartikel mit Metalloxidkügelchen mahlt, die einen Durchmesser von kleiner gleich etwa 5 mm aufweisen, wobei man den Mahlvorgang selbst in einer Flüssigkeit durchführt, die einen Oxidationsinhibitor enthält.

Die Metallkügelchen wirken dabei auf dreierlei Weise auf die Metallpartikel ein, es sind dies

1. die Reibung
2. die Quetschung und
3. die Scherkraft.

Überraschenderweise wirken die zugesetzten Flüssigkeiten, wie insbesondere Wasser, Glycole, Silikonöle und sämtliche Wärmeträgeröle auf synthetischer Basis, etc., dem Mahlvorgang nicht entgegen. Beim Einsatz von Glykolen wird Butyltriglycol eingesetzt. Der Vorteil liegt im hohen Kochpunkt von 260°C. Als Inhibitor für den Mahlvorgang wird zum Butyltriglycol 2% Triethanolamin und 0,05% Benzotrianol zugesetzt.

Bei Mahlen mit Silikonölen werden als Inhibitoren ungesättigte Verbindungen auf Vinylgruppenbasis in Höhe von 1 Gew% zugesetzt.

Beim Mahlen mit synthetischen Wärmeträgerölen werden als Inhibitoren Anthrachinonverbindungen in Höhe von 2 Gew% zugesetzt.

Da die so hergestellten Metallpulver oft als Suspensionen Verwendung finden, wird daher vorgeschlagen, als Mahlflüssigkeit die Trägerflüssigkeit selbst zu verwenden. Ein besonders wertvoller Anwendungsfall ist hier die Herstellung von Wärmeträgerflüssigkeiten, da die Metallpartikel der Flüssigkeit eine sehr hohe Wärmeleitfähigkeit verleihen.

Die hohe Oberflächenenergie des Pulvers bewirkt eine starke Korrosionsgefahr und eine mit dieser verbundene Entwicklung von Wasserstoff. Um dies zu vermeiden, wird der Mahlflüssigkeit der Oxidationsinhibitor, vorzugsweise ein solcher auf Phenolbasis, zugesetzt, der hochwirksam ist und die Metallpulverteilchen nicht angreift. Ein bevorzugter Korrosionsinhibitor ist jene Inhibitorflüssigkeit, die auf Phenolbasis beruht.

Nach dem erfindungsgemäßen Verfahren können alle Metalle oder Legierungen gemahlen werden, die eine geringere Härte als das Metalloid aufweisen.

2

Aluminiumoxid wird hier wegen seiner großen Härte und der präzisen Kugelform bevorzugt.

Der dabei ausgewählte Durchmesser von kleiner gleich etwa 5 mm ist entscheidend mit dem Mahlvorgang verbunden, da größere Durchmesser nicht zu der gewünschten niedrigen Korngröße führen.

Mit dem vorliegenden Verfahren lassen sich insbesondere Ferrite, Ferrosilicium, Ferrophosphate, Aluminium und Kupfer vermahlen. Weder das Mahlwerk selbst noch der dieses umgebende Raum müssen, wie bisher, Stickstoffatmosphäre aufweisen noch luftdicht abgeschlossen sein.

## Patentansprüche

1. Verfahren zur Herstellung von feinstteiligen Metallpulvern mit Korngrößen bis in den Nanometerbereich in einem Kugelmahlwerk, dadurch gekennzeichnet, daß man die Metallpartikel mit Metalloxidkügelchen mit Durchmessern kleiner gleich etwa 5 mm in einer Flüssigkeit mahlt, die einen Korrosionsinhibitor enthält.
2. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß man der Mahlflüssigkeit einen Korrosionsinhibitor auf Phenolbasis zusetzt.
3. Verfahren nach Anspruch 1 oder 2, dadurch gekennzeichnet, daß man den Mahlvorgang in derjenigen Flüssigkeit durchführt, in der die Metallpartikel suspendiert werden sollen.
4. Verfahren nach mindestens einem der Ansprüche 1 bis 3, dadurch gekennzeichnet, daß man die Mahlung, mit Aluminiumoxidkügelchen durchführt.